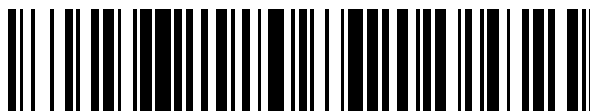


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 485 392**

51 Int. Cl.:

C07D 493/08 (2006.01)

C11B 9/00 (2006.01)

C11D 3/50 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.12.2007 E 07254714 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.06.2014 EP 1930334**

54 Título: **Los compuestos 6-oxabicyclo[3.2.1]octano, 5-metil-1-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)-, 2-oxabicyclo[2,2,2]octano, 1-metil-4-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)-, y sus usos en aplicaciones de fragancia**

30 Prioridad:

29.11.2007 US 947218

08.12.2006 US 608487

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

13.08.2014

73 Titular/es:

**INTERNATIONAL FLAVORS & FRAGRANCES,
INC. (100.0%)
521 WEST 57TH STREET
NEW YORK, NY 10019, US**

72 Inventor/es:

**NARULA, ANUBHAV P.S. y
ARRUDA, EDWARD M.**

74 Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

ES 2 485 392 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Los compuestos 6-oxabicyclo[3.2.1]octano, 5-metil-1-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)-, 2-oxabicyclo[2,2,2]octano, 1-metil-4-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)-, y sus usos en aplicaciones de fragancia

Campo de la invención

La presente invención se refiere a nuevas entidades químicas y la incorporación y uso de las nuevas entidades químicas como materiales de fragancia.

Antecedentes de la invención

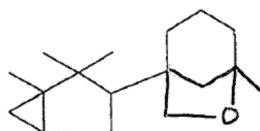
Hay una necesidad continua en la industria de las fragancias para proporcionar nuevos productos químicos para dar a los perfumistas y otras personas la capacidad de crear nuevas fragancias para perfumes, colonias y productos de cuidado personal. Los expertos en la materia aprecian cómo las diferencias en la estructura química de la molécula pueden producir diferencias significativas en el olor, notas y características de una molécula. Estas variaciones y la necesidad continua de descubrir y usar los nuevos productos químicos en el desarrollo de nuevas fragancias permiten a los perfumistas aplicar los nuevos productos en la creación de nuevas fragancias.

El documento EP 0 485 061 divulga ciclopentenil-oxabicyclo-octanos, ciclopentenil-formilciclohexenos y ciclopentenilhidroximetil ciclohexenos y mezclas de los mismos, el uso de los mismos en perfumes, etc., y detergentes, y procesos para preparar tales compuestos, así como composiciones de camfonil espiriciclooxaocetano y el uso del mismo en perfumes, etc.

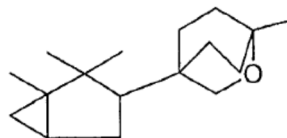
Compendio de la invención

La presente invención proporciona productos químicos novedosos, y el uso de los productos químicos para aumentar la fragancia de perfumes, aguas de colonia, colonias, productos de cuidado personal, y similares. Además, la presente invención se dirige al uso de los productos químicos novedosos para aumentar la fragancia en perfumes, aguas de colonia, colonias, productos de cuidado personal, y similares.

Más específicamente, la invención se refiere a una composición novedosa que comprende los compuestos 6-oxabicyclo[3.2.1]octano,5-metil-1-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)- y 2-oxabicyclo[2,2,2]octano, 1-metil-4-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)-, representados por las estructuras 1 y 2, respectivamente:



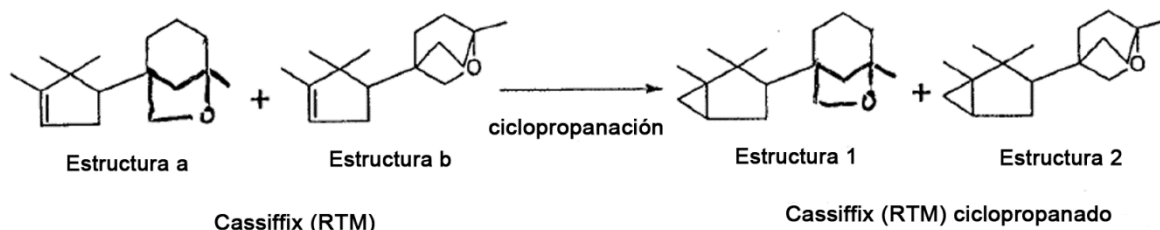
Estructura 1



Estructura 2

Descripción detallada de la invención

Según la presente invención, se pueden hacer 6-oxabicyclo[3.2.1]octano,5-metil-1-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)-, y 2-oxabicyclo[2,2,2]octano, 1-metil-4-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)- por cualquier método conveniente, un método especialmente preferido es la ciclopropanación de un alqueno sustituido adecuado, que comprende la reacción del alqueno con un carbenoide, generado de diyodometano y un compuesto de Zn-Cu.



Cassifix (RTM) contiene, como sabe el experto en la materia, 6-oxabicyclo[3.2.1]octano, 1-metil-4-(2,2,3-trimetilciclopent-3-enilo)- (mostrado como "estructura a" en el esquema anterior) y 2-oxabicyclo[2,2,2]octano, 1-metil-4-(2,2,3-trimetilciclopent-3-enilo)- (mostrado como "estructura b" en el esquema anterior). La ciclopropanación de

Cassiffix (RTM) proporciona los compuestos de la presente invención 6-oxabicyclo[3.2.1]octano,5-metil-1-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)-, y 2-oxabicyclo[2,2,2]octano, 1-metil-4-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)-.

5 Hemos descubierto una composición novedosa que comprende 6-oxabicyclo[3.2.1]octano,5-metil-1-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)-, y 2-oxabicyclo[2,2,2]octano, 1-metil-4-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)-.

Estos compuestos son útiles como ingredientes en aplicaciones de fragancia. Por tanto, la invención también proporciona el uso en una aplicación de fragancia de la composición de 6-oxabicyclo[3.2.1]octano,5-metil-1-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)-, y 2-oxabicyclo[2,2,2]octano, 1-metil-4-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)-.

10 Los compuestos tienen notas de fragancia suave, de ámbar, floral, de eucalipto, yemas verdes y casis.

El uso de los compuestos de la presente invención es ampliamente aplicable en productos de perfumería actuales, incluyendo la preparación de perfumes y colonias, el perfumado de productos de cuidado personal tales como jabones, geles de ducha y productos para el cuidado del cabello así como ambientadores y preparaciones cosméticas. La presente invención también se puede usar para perfumar agentes de limpieza, tales como, pero no limitado a, detergentes, materiales de lavavajillas, composiciones de fregado, limpiacristales y similares.

En estas preparaciones, los compuestos de la presente invención se pueden usar solos o en combinación con otras composiciones perfumantes, solventes, adyuvantes y similares. Los expertos en la materia conocen la naturaleza y variedad de los otros ingredientes que también se pueden emplear.

Se pueden emplear muchos tipos de fragancias en la presente invención, la única limitación es la compatibilidad con los otros componentes que se emplean. Las fragancias adecuadas incluyen, pero no están limitadas a frutos tales como almendra, manzana, cereza, uva, pera, piña, naranja, fresa, frambuesa; almizcle, aromas de flores, tal como de tipo lavanda, de tipo rosa, de tipo iris, de tipo clavel. Otros aromas agradables incluyen aromas herbales y de bosque derivados de pino, picea y otros olores del bosque. Las fragancias también pueden derivar de varios aceites, tales como aceites esenciales, o de materiales vegetales tales como hierbabuena, menta y similares.

Se proporciona una lista de fragancias adecuadas en la patente en EE UU No. 4.534.891. Otra fuente de fragancias adecuadas se encuentra en Perfumes, Cosmetics and Soaps, Segunda Edición, editado por W. A. Poucher, 1959. Entre las fragancias proporcionadas en este tratado están acacia, casia, chypre, ciclamen, helecho, gardenia, espino, heliotropo, madreSelva, jacinto, jazmín, lila, lirio, magnolia, mimosa, narciso, heno recién cortado, flores de azahar, orquídea, reseda, guisante de olor, trébol, nardo, vainilla, violeta, alhelí y similares.

Se entiende que cantidad olfativa eficaz significa la cantidad de compuesto en composiciones de perfume a la que el componente individual contribuirá con sus características olfativas particulares, pero el efecto olfativo de la composición de perfume será la suma de los efectos de cada uno de los perfumes o los ingredientes de las fragancias. Por tanto, los compuestos de la invención se pueden usar para alterar las características de aroma de la composición de perfume, o modificando la reacción olfativa contribuida por otro ingrediente en la composición. La cantidad variará dependiendo de muchos factores incluyendo otros ingredientes, sus cantidades relativas y el efecto que se desea.

El nivel del compuesto de la invención empleado en el artículo perfumado varía desde aproximadamente el 0,005 hasta aproximadamente el 10 por ciento en peso, preferiblemente desde aproximadamente el 0,5 hasta aproximadamente el 8 y lo más preferiblemente desde aproximadamente el 1 hasta aproximadamente el 7 por ciento en peso. Además de los compuestos, se pueden usar otros agentes junto con la fragancia. También se pueden emplear materiales bien conocidos tales como tensioactivos, emulsionantes, polímeros para encapsular la fragancia sin separarse del ámbito de la presente invención.

Otro método de describir el nivel de los compuestos de la invención en la composición perfumada, es decir, los compuestos como un porcentaje en peso de los materiales añadidos para dar la fragancia deseada. Los compuestos de la invención pueden variar ampliamente desde el 0,005 hasta aproximadamente el 70 por ciento en peso de la composición perfumada, preferiblemente desde aproximadamente el 0,1 hasta aproximadamente el 50 y lo más preferiblemente desde aproximadamente el 0,2 hasta aproximadamente el 25 por ciento en peso. Los expertos en la materia serán capaces de emplear el nivel deseado de los compuestos de la invención para proporcionar la fragancia e intensidad deseadas.

Las siguientes se proporcionan como formas de realización específicas de la presente invención. Otras modificaciones de esta invención serán enseguida aparentes para los expertos en la materia. Se entiende que tales modificaciones están dentro del ámbito de esta invención. Como se usa en el presente documento todos los porcentajes son porcentajes en peso a menos que se indique de otra manera, se entiende que ppm significa partes por millón y se entiende que g es gramos. Se entiende que IFF como se usa en los ejemplos significa International Flavors & Fragrances Inc., Nueva York, NY, EE UU. Todos los materiales de fragancia mencionados en los ejemplos están disponibles de IFF.

Ejemplo I

PREPARACIÓN DE 2-OXABICICLO[2,2,2]OCTANO, 1-METIL-4-(1,2,2-TRIMETILBICICLO[3.1.0]HEX-3-ILO)-

5 A un matraz de fondo redondeado multicuello de 200 ml seco, equipado con agitador de aire, condensador de entrada de nitrógeno y un embudo de adición, se cargaron 23,4 g de Cassifix®, 13 g de ZnCu, 54 g de CH₂I₂ y 100 g de Et₂O al matraz y se agitó. La mezcla se calentó a reflujo y se mantuvo y después la mezcla de reacción se enfrió y extinguió con 50 ml de solución acuosa de NH₄Cl. Los contenidos se transfirieron a un embudo separador y la fase acuosa se separó. La fase orgánica se secó sobre sulfato de sodio anhidrido y después se concentró para dar el

10 producto crudo que contenía tanto 6-oxabicyclo[3.2.1]octano,5-metil-1-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)-, como 2-oxabicyclo[2,2,2]octano, 1-metil-4-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)-. A continuación 2-oxabicyclo[2,2,2]octano, 1-metil-4-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)- se aisló del producto crudo usando atrapamiento de GLC capilar y se identificó.

15 El compuesto tenía notas de fragancia suave, de ámbar, floral, de eucalipto, yemas verdes y casis.

El espectro de RMN de 2-oxabicyclo[2,2,2]octano, 1-metil-4-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)- es como sigue:

20 0,4 ppm (s, 1H); 0,8 ppm (s, 1H); 0,9-1,0 ppm (m, 10H); 1,5ppm (s, H); 1,6-1,8 ppm (m, 8H).

Ejemplo II

25 FÓRMULA DEMOSTRACIÓN QUE CONTIENE LA COMPOSICIÓN DE 6-OXABICICLO[3.2.1]OCTANO,5-METIL-1-(1,2,2-TRIMETILBICICLO[3.1.0]HEX-3-ILO)- Y 2-OXABICICLO[2,2,2]OCTANO, 1-METIL-4-(1,2,2-TRIMETILBICICLO[3.1.0]HEX-3-ILO)- (“LA COMPOSICIÓN”)

Ingrediente de fragancia**LA COMPOSICIÓN**

	Peso (g)
DIPROPILENGLICOL (DPG)	10,00
GLICOLATO DE ALILO Y AMILO	0,00
SALICILATO DE AMILO	5,00
BACDANOL	30,00
CALONE CAM 10% DPG	20,00
CEDRAMBER	5,00
CICLAMAL EXTRA	30,00
DIHIDRO MIRCENOL	3,00
DINASCONE 10	115,00
FLORALOZONA	10,00
FLORIFFONE TD DIHIDRO 10% DPG	1,00
GALAXOLIDE 50	15,00
GERANIUM AFRICAN	145,00
HEDIONA	2,00
HELIONAL	70,00
ISOBUTIL QUINOLINA	60,00
ISO E SUPER	0,40
ACEITE DE NARANJA FLA CP	100,00
15.00	
PRECICLEMONE B	
5.00	
ACEITE DE TOMILLO BLANCO 10% DPG	6,00
TRIPLAL	7,00
VERAMOSS	5,00
<u>VERTOFIX COEUR</u>	<u>20,00</u>
Total	679,40

30 La composición de 6-oxabicyclo[3.2.1]octano,5-metil-1-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)-, y 2-oxabicyclo[2,2,2]octano, 1-metil-4-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)- tiene notas de fragancia suave, de ámbar, floral, de eucalipto, yemas verdes y casis.

REIVINDICACIONES

- 5
1. Una composición que comprende 6-oxabicyclo[3.2.1]octano,5-metil-1-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)-, y 2-oxabicyclo[2,2,2]octano, 1-metil-4-(1,2,2-trimetilbicyclo[3.1.0]hex-3-ilo)-.
 2. Un método de mejorar, aumentar o modificar una formulación de fragancia mediante la adición de una cantidad olfativa aceptable de la composición de la reivindicación 1.
 3. Una formulación de fragancia que contiene una cantidad olfativa eficaz de la composición de la reivindicación 1.
- 10